# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

11-081127

(43)Date of publication of application : 26.03.1999

(51)Int.CI.

D06M 11/00 D06C 29/00

D21H 15/00

(21)Application number: 09-254140

(71)Applicant: TOKUSHU PAPER MFG CO LTD

(22)Date of filing:

03.09.1997

(72)Inventor: MATSUDA YUJI

# (54) PRODUCTION OF COMPOSITE FIBER AND SHEET USING THE FIBER

# (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a composite fiber apart from agglomeration and entanglement and allowing solid particles on the surface of the fiber to fulfill its function sufficiently independently of the kind of the fiber by specifying the length and the axial ratio of the fiber and fixing the solid particles onto the surface of the fiber by an impingement method using a high-speed air stream.

SOLUTION: This method for producing a composite fiber is to fix solid particles with a mean particle size of 0.1 to 100 µm onto the surface of a fiber with a weight average fiber length of 0.1 to 5 mm and axial ratio of 5 to 300 by an impingement method using a high-speed air stream in a dry manner. The usable fiber is not limited to a sort of hydrophilic fiber, and the resultant composite fiber needs no dry process, bears the solid particles on the surface thereof in high ratio, and is useful for production of e.g. a thin film with high opacity.

# LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平11-81127

(43)公開日 平成11年(1999) 3 月26日

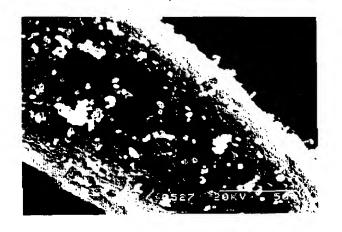
(51) Int.Cl.6	識別記号	FI,			
D06M 11/00		D 0 6 M 11/00			
D06C 29/00	)	D 0 6 C 29/00	Z Z Z		
D21H 15/00		D 2 1 H 5/12			
		D 0 6 M 11/00			
		審查請求 未請求	請求項の数2 FD (全 6 氏)		
(21)出願番号	特願平9-254140		特種製紙株式会社		
(aa) itime =	T. D. a. tr. (1995) a. T. a. T.				
(22)出願日	平成9年(1997)9月3日		静岡県駿東郡長泉町本宿501番地		
		(72)発明者 松田 7			
			複東郡長泉町本宿501番地 特種製		
•	•	紙株式会	会社内		
		i			
	•				
			•		

# (54) 【発明の名称】 複合化繊維の製造方法、およびその繊維を使用したシート

# (57)【要約】

【課題】 繊維状物質と粒子との複合化において、従来 技術による問題点を解決すること

【解決手段】 重量平均繊維長が $0.1\sim5\,\mathrm{mm}$ 、軸比が $5\sim300\,\mathrm{o}$ 繊維の表面に、平均粒径 $0.1\sim100\,\mathrm{\mu}$  mの粒子を高速気流中衝撃法により乾式で埋設または固着する。粉体は繊維表面に強固に固着されているので、例えばこの繊維を使用して抄紙しても粉体歩留りが著しく高くなる。



# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 重量平均繊維長が0.1~5mm、軸比 が5~300の繊維の表面に、平均粒径0.1~100 μmの粒子を高速気流中衝撃法により乾式で固着するこ とを特徴とする複合化繊維の製造方法。

【請求項2】 請求項1で記載した複合化繊維を1~1 00重量部含むことを特徴とするシート。

## 【発明の詳細な説明】

## [0001]

【産業上の利用分野】本発明は、繊維表面に粒子を固着 した複合化繊維を乾式で製造する方法、およびその複合 化繊維を使用したシートに関する。

## [0002]

【従来の技術】ユーザーニーズの多様化から各種材料も 多くの機能が要求されるようになってきている。このよ うな背景から繊維材料を異種材料と複合化する方法も種 々検討されている。繊維表面を改質する目的で粒子と繊 維を複合化するという観点から考えると、従来、1)粒 子をバインダー中に分散した塗料を繊維表面にコーティ ングする方法、2) 溶融したマスターバッチに粒子を分 20 散し、紡糸する練り混み方法、3) 水や溶剤を媒体とし て湿式の化学反応によって粒子の沈殿を発生させ、あら かじめ繊維を水や溶剤中に分散しておくことによって、 この沈殿物を繊維の内部や表面に固定化する技術、など が実用化されていた。

【0003】しかし、1)の方法は粒子を繊維表面に固 定化するためにバインダーが必要であり、これらバイン ダーが粒子表面を覆ってしまうこともあるため、粒子の 機能を最大限に利用できないなどの問題点があった。

【0004】また、2)の方法は、繊維内部からの改質 は可能であっても、繊維表面に粒子が存在する割合が少 なくなり、繊維表面の改質には適さない問題点があっ

【0005】3)の方法の一例として、木材パルプ繊維 のような水を吸収する繊維を使用して、塩化カルシウム の水溶液に木材パルプを浸漬し、木材パルプにこの塩化 カルシウム水溶液を吸収させ、次に炭酸ナトリウムの水 溶液にこの木材パルプを浸漬させることによってパルプ 中で炭酸カルシウムの塩を発生させ、不透明性の高い繊 維を得る方法が提案されている。その他、特開平6-1 92990号には親水性繊維の改質方法として、水に不 溶性または難溶性のアドレナリン、イソニトロアセトフ ェノン、キサンチンなどの有機化合物を、酸あるいはア ルカリに溶解させた水溶液を調製し、この水溶液にリグ ノセルロース材料などの親水性繊維を浸漬して、次いで 水溶液を含む親水性繊維を酸またはアルカリで中和処理 して、親水性繊維の内部及び表面に水に不溶性または難 溶性の有機化合物を生成、担持する親水性繊維の改質方 法が提示されている。しかし、これら技術は用いる繊維

め繊維を分散しておく必要があったり、反応によって目 的物質以外の副生成物が発生することがあったり、得ら れた繊維を乾燥する必要がある、などの多くの問題点を 抱えていた。

#### [0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記したよ うな問題点を解決することを課題とする。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】一方、粉体の表面改質技 術も広く検討されている。たとえば、特開昭62-83 029号には、核となる固体粒子の表面に、これよりも 小さな他の固体粒子を固定化することによって粒子の表 面を改質して、機能性複合粉体材料を得る方法(高速気 流中衝撃法)が提案されている。高速気流中衝撃法につ いては、その後固体粒子の表面改質方法として各種技術 が提案されてきた (例えば特開平5-168895、特 開平6-107714など)。これら技術はすべて粒子 の表面改質方法であって、繊維状物質の表面改質方法と して適応された例は全くなかった。

【0008】本発明者は、高速気流中衝撃法の特異な効 果に着目し、これを使用して繊維と粒子を複合化するこ とを試みた結果、ある特定の繊維形状と、特定の粒子の 組み合わせで本発明の目的を達成することができること を見い出し、本発明を完成させた。

【0009】即ち、本発明は、重量平均繊維長が0.1 ~5 mm、軸比が5~300の繊維の表面に、平均粒径 0. 1~100 μ mの粒子を高速気流中衝撃法により乾 式で固着することを特徴とする複合化繊維の製造方法で あり、また、このようにして製造した複合化繊維を1~ 100重量部含むことを特徴とするシートである。

# [0010]

【発明の実施の形態】本発明で使用している高速気流中 衝撃法とは、例えば特開平5-168895などで開示 されている方法である。図1及び図2は、この公報に図 示されたもので、図1は粉体処理装置の一例をその前後 装置と共に系統的に示した概念的な説明図であり、図2 ・は図1の粉体処理装置の側面断面図を示す。

【0011】以下この装置を図面に基づいて説明する。 この装置は、衝撃室8内に、衝撃ピン5を周設した回転 盤4及び衝突リング7を配置した粉体衝撃装置の前カバ - 2の開口部から、固体粒子と小さな他の固体粒子とか ら構成される固体粒子群を投入し、衝撃室8を通過させ ることにより、衝撃式打撃作用を与える場合において、 衝撃ピン5の回転によって発生した気流と共に、衝突リ ング7の一部に開口する排出口9より粉体群の全量を排 出して、粉体粒子群を過熱された気流から分離した後、 再び粉体粒子群のみを衝撃室8内に投入するようにして 外粉体粒子群に前記衝撃式打撃作用を繰り返し与えるこ とにより、前記固体粒子の表面に前記固体粒子よりも小 が親水性繊維に限定されたり、水や有機溶剤にあらかじ 50 さな他の固体粒子を付着させながら、または付着させた

20

3

後、該他の固体粒子を埋設または固着させる装置である。

【0012】この方法は今まで粉体粒子同士の複合化のみに検討されてきた。複合化の母体として繊維を使用するといくつかの問題点があったからである。一番大きな問題点は、衝撃ピンで機械的打撃を繊維が受けた際に繊維が凝集したり絡み合ったりしてしまうという点である。本発明者は、この問題点を解決すべく鋭意検討した結果、この問題が起きるのは、繊維が長く、また軸比が大きいことが理由であることを解明した。

【0014】また、軸比は、5~300であることが必要である。軸比が5未満であると、シート化できるなどの繊維であるためのメリットが無くなってしまうからである。しかし、軸比が300を越えると繊維が絡み合い易くなり、繊維が5mmより長くなるときと同様に機械的衝撃を受けた際に凝集したり、固まりになったりしてしまう。ここで規定している軸比とは繊維の長軸の長さを短軸の長さで割った値である。一般的な繊維は短軸の長さが繊維の直径になり、長軸の長さが繊維長になる。これら値は、繊維を光学顕微鏡や電子顕微鏡で観察して写真に撮った後、倍率を確認して実際に測定した長さである。

【0015】複合化される粒子の平均粒径は、 $0.1\sim 100\mu$ mであることが必要である。 $0.1\mu$ m未満では粒子が小さすぎ、軽くなりすぎるため空気中で舞ってしまい、その結果機械的衝撃を受けにくくなり繊維表面への粒子の効率的固定化ができなくなってしまうからである。また、平均粒子径が $100\mu$ mを越えると繊維表面に付着する粒子の数が少なくなり繊維表面積に対する粒子の被覆率が低くなり効率的でなくなる。粒子の平均粒径は沈降式粒度分布測定装置(商品名「 $50\mu$ 0・フォート・サイザーMPS-2」、(株)セイシン企業製造)で測定した値である。

【0016】本発明で使用できる繊維は、天然繊維、化学繊維を含めあらゆる繊維である。例えば天然繊維であれば、針葉樹、広葉樹などから抽出された木材繊維、麻、コットンなどの非木材繊維などのセルロース繊維である。また、たんぱく繊維である羊毛、絹なども含まれる。化学繊維としては再生繊維、半合成繊維、合成繊

維、無機繊維などが含まれる。具体的には、再生繊維としてはレーョン、キュプラ、テンセル、キチン、キトサン、デンプン、アルギン酸などである。半合成繊維は、アセテート、トリアセテートなど、合成繊維としては、ナイロン、ポリエステル、アクリル、ポリシアン化ビニリデン、ビニロン、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル、ビニリデン、ポリエチレン、ポリプロピレンなどである。無機繊維としてはガラス繊維、炭素繊維などが含まれる。

10 【0017】また、本発明で使用できる粒子は無機粒子、有機粒子を含むあらゆる粒子である。無機粒子としては炭酸カルシウム、酸化チタン、各種クレー(建酸塩類)、珪酸類、水酸化アルミニウム、酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化マグネシウムなどが含まれる。また、合成粒子としてはプラスチックピグメント、発泡性マイクロカプセル、高分子吸収体などが含まれる。

【0018】さらに、これら複合化繊維は繊維状である ためネットワーク構造を形成することが可能であり、シ ート化できる。この様な複合化繊維を2次元に展開し、 シート化することで各種機能性材料として利用できる。 【0019】本発明で得られた複合化繊維をシート化す る方法は、湿式法、乾式法などあらゆる方法が適応でき る。湿式法で代表的な方法は、抄紙法であり、これら複 合化繊維が親水性である場合に適応できる。複合化繊維 を固形分濃度1%程度で水に分散し、ワイヤー、プレ ス、ドライヤーなどの水を除く工程を経て、固形分濃度 90~95%程度のシートを得ることができる。複合化 繊維が疎水性である場合は、シート化には乾式法が適応 できる。乾式不織布を製造する方法がそのまま適応で き、1つの方法としてエアー中にこれら繊維を吹きだ し、均一に堆積させ、バインダーによって繊維間を接着 しシート化する方法である。

【0020】高速気流中衝撃法で繊維表面に埋設または固着された粒子は、このようなシート化する際に与えられる各種作用を受けてもその埋設または固着が強固であるため脱落することなく、シートを製造できる特徴を持っている。例えば、湿式抄紙法ではこれら複合化繊維は水に分散され、かなり強力な攪拌力を受けたり、ポンプ内を圧送されたりする時は水との間でかなり強力なせん断力を受ける。それにも関わらず、繊維表面に固定化された粒子はほとんど脱落することはない。通常の抄紙法で填料等の粒子をパルプサスペンションに添加する場合には、ワイヤーでの脱水過程等で填料がシート中から脱落して、填料の歩留まりが悪くなる欠点があったが、このような固着処理を行った繊維を使用することによってシートからの填料の脱落を押さえることも可能となる。

[0021]

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明をより具体的に 説明する。

40

# 実施例1

重量平均繊維長がO. 8mmであり、軸比が30~20 0程度の広葉樹漂白クラフトパルプ100gと平均粒径 が0.8μmの二酸化チタン100gを前記高速気流中 衝撃処理装置(商品名「ハイブリタイザー」、(株)奈 良機械製作所製造)に投入し、5分間処理することによ ってパルプ繊維の表面へ二酸化チタンを固着させた複合 化繊維を得た。

# 【0022】実施例2

重量平均繊維長が2.8mmであり、軸比が50~20 0程度の針葉樹漂白クラフトパルプ100gと平均粒径 が 2.  $5 \mu$  mのカオリン系クレー 100 g を前記高速気 流中衝撃処理装置に投入し、5分間処理することによっ てパルプ繊維の表面ヘカオリン系クレーを固着させた複 合化繊維を得た。

### 【0023】実施例3

重量平均繊維長が4mmであり、軸比が200程度のア クリル繊維100gと平均粒径が0. 8μmである二酸 化チタン100gを前記高速気流中衝撃処理装置に投入 し、5分間処理することによってアクリル繊維の表面へ 20 二酸化チタンを固着させた複合化繊維を得た。

#### 【0024】実施例4

実施例1で得られた複合化繊維20重量%と叩解処理を 行った広葉樹漂白クラフトパルプ80重量%を混合し、 通常の湿式抄紙法で100g/m2のシートを得た。

#### 【0025】実施例5

実施例2で得られた複合化繊維20重量%と叩解処理を 行った広葉樹漂白クラフトパルプ80重量%を混合し、 通常の湿式抄紙法で100g/m<sup>2</sup>のシートを得た。

# 【0026】 実施例6

実施例3で得られた複合化繊維20重量%と未処理のア クリル繊維80重量%を混合し、通常の乾式不織布を製 造する方法で100g/m<sup>2</sup>のシートを得た。

# 【0027】比較例1

\*重量平均繊維長が7mmであり、軸比が200程度の三 椏繊維100gと平均粒径が0.8μmの二酸化チタン 100gを前記高速気流中衝撃処理装置に投入し、5分 間処理することによって三椏繊維の表面へ二酸化チタン を固着させた複合化繊維を得た。

## 【0028】比較例2

重量平均繊維長が3mmであり、軸比が500程度の稲 わら繊維100gと平均粒径が0.8μmの二酸化チタ ン100gを前記高速気流中衝撃処理装置でに投入し、 5分間処理することによって稲わら繊維の表面へ二酸化 チタンを固着させた複合化繊維を得た。

## 【0029】比較例3

比較例1で得られた複合化繊維20重量%と叩解処理を 行った広葉樹漂白クラフトパルプ80重量%を混合し、 通常の湿式抄紙法で100g/m2のシートを得た。

#### 【0030】比較例4

比較例2で得られた複合化繊維20重量%と叩解処理を 行った広葉樹漂白クラフトパルプ80重量%を混合し、 通常の湿式抄紙法で100g/m²のシートを得た。

#### 【0031】比較例5

実施例4との比較を目的として未処理の広葉樹漂白クラ フトパルプ20重量%と叩解処理を行った広葉樹漂白ク ラフトパルプ80重量%を混合し、二酸化チタンを原料 パルプの絶乾重量に対して19.2% (実施例4に対応 した量)添加して通常の湿式抄紙法で100g/m²の・ シートを得た。

【0032】上記実施例、及び比較例で得られた複合化 繊維及び複合化繊維含有シートの特性を評価した結果を 表1に示す。なお、灰分はJIS P 8128に基づ 30 き測定した値であり、粉体歩留まり=(灰分/理論灰 分)×100で得られた値である。

[0033]

【表 1 】

	複合化繊維			複合化繊維混抄シート	
	灰分	粉体歩留り		灰分	粉体歩留り
実施例1	48%	96%	実施例 4	18%	94%
実施例 2	47%	94%	実施例 5	15%	80%
実施例3	44%	88%	実施例 6	15%	85%
比較例1	23%	46%	比較例3	5 <b>%</b>	54%
	粒状の凝集体になる			凝集体が点在	
比較例2	32%	6 4 %	比較例4	7 %	55%
	粒状の凝集体になる			凝集体が点在	
			<b>比較例</b> 5	1 1 %	57%

【0034】実施例1~3のように重量平均繊維長が 0. 5~5 mmの範囲であり、軸比が5~300の範囲 の繊維に平均粒径が $0.1\sim100\mu$ mの粉体を混合し 50 認できた。また、このように複合化された繊維を電子顕

て高速気流中衝撃処理することによって非常に効率よく 繊維の表面に粉体を固着することが可能であることが確 微鏡で1000倍程度に拡大して観察してみると繊維の 表面を粉体が固着している様子が観察された。実施例2 の電子顕微鏡の観察結果(写真)を図3に示す。

【0035】これに対し、比較例1のように重量平均繊維長が5mmより長かったり、比較例2のように軸比が300より大きかったりすると同様に高速気流中衝撃法で処理しても繊維表面への粉体の固着化率が低いばかりでなく繊維が絡まって凝集してしまい粒状になってしまうことがわかった。

【0036】また、実施例4~6で確認されたように、これら複合化繊維を湿式法もしくは乾式法でシート化した場合に粉体の歩留まりが高いことから、固着化された粉体が繊維から脱離することなく、シート内に保持されることが明らかになった。これら結果に対し、比較例1 および2 から得られた複合化繊維を使用してシート化を試みた比較例3 および4では、高速気流中衝撃処理の際に発生した粒状の凝集体はシート化しても残留してしまい、外観が悪いばかりでなく、シート中への粉体の歩留まりが悪くなるなどの欠点を有することを確認した。

【003.7】一方、比較例5で得られた結果からパルプ原料に対してただ単に二酸化チタンを添加しても歩留まりは悪いことが確認できた。二酸化チタンの含有量が同一である実施例4で得られたシートの二酸化チタンの歩留まりが高いことから、高速気流中衝撃法でパルプ表面に固着した二酸化チタンは、抄紙工程における水中でのせん断力程度では脱落しないことが明らかになった。

#### [0038]

【発明の効果】本発明によれば、従来技術のもつ数々の問題点を解決できる。即ち、粒子をバインダー中に分散した塗料を繊維表面にコーティングする方法ではバインダーが粒子表面も覆ってしまうが、本発明に於いては粉体がバインダーで覆われることが無いため、粉体の機能を最大限に発揮できる。

【0039】また、溶融したマスターバッチに粒子を分散し、紡糸する練り混み方法と比べ、本発明では、繊維表面に粒子が存在する割合をはるかに高めることができる効果がある。

【0040】また、水や溶剤を媒体として湿式の化学反応によって粒子の沈殿を発生させ、あらかじめ繊維を水や溶剤中に分散しておくことによって、この沈殿物を繊 40維の内部や表面に固定化する技術と比べ、用いる繊維が親水性繊維に限定されず、水や有機溶剤にあらかじめ繊維を分散しておく必要が無く、反応によって目的物質以

外の副生成物が発生することも無く、得られた繊維を乾燥する必要が無いなど多くの利点がある。

【0041】本発明は、上記したような利点を有するので、例えば二酸化チタンを固着した繊維を使用して、紙厚みが非常に薄くても高不透明度を有した薄紙が製造できる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 粉体処理装置の一例をその前後装置と共に系統的に示した概念的な説明図である。

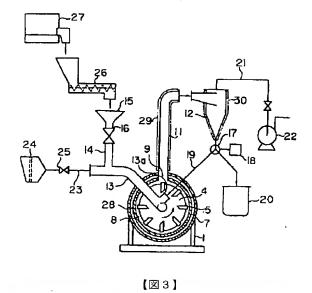
10 【図2】 図1の粉体処理装置の側面断面図である。

【図3】 実施例2の電子顕微鏡の観察結果(写真)である。

# 【符号の説明】

- 1 ケーシング
- 2 前カバー
- 3 後カバー
- 4 回転盤
- 5 衝撃ピン
- 6 回転軸
- 20 7 衝突リング
  - 8 衝撃室
  - 9 排出口
  - 10 投入口
  - 11 排出管
  - 12 固気分離装置
  - 13 投入管
  - 14 原料供給用のシュート
  - 15 原料ホッパー
  - 16 開閉弁
- 30 17 切替弁
  - 18 切替制御装置
  - 19 循環回路
  - 20 捕集器
  - 21 排風管
  - 22 吸引ブロワー
  - 23 送風管
  - 24 エアフィルター
  - 25 調節弁
  - 26 原料計量フィーダー
  - 27 プレプロセッサー
    - 28 ジャケット
    - 29 ジャケット
    - 30 ジャケット





【図2】

